

تجارب التحليل الالى العملي

للمرحلة الرابعة

قسم الكيمياء

أ.م.د. زينة زهير صالح

أ.م.د. نغم ناظم حبيب

أ.م.د. رواء عبد العليم

م. صالح طلال

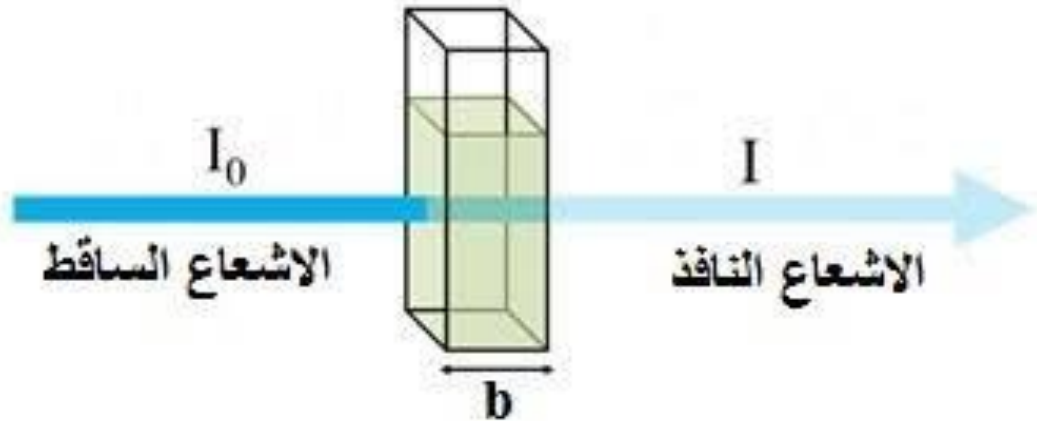
م.م. لينا عادل صابر

م.م. تمارة عبد السلام

م.م. اسراء خليل احمد

الطيف المرئي الجزيئي

تقدير ايونات الحديدك طيفيا



نظرية التجربة

- طرق التحليل الطيفي تعتمد على قياس امتصاص او انبعاث الاشعة للذرات او الجزيئات في المنطقة المرئية وفوق البنفسجية

- 200 – 400 nm for UV.

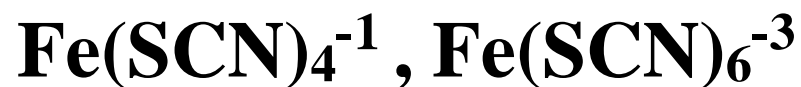
- 400 – 1000 nm for visible

- قانون بير لامبرت

- $A = \epsilon b C$ = الامتصاصية المولارية وحدته لتر. مول⁻¹. سم⁻¹

- $A = a b C$ = ثابت الامتصاص وحدته لتر. غرام⁻¹. سم⁻¹

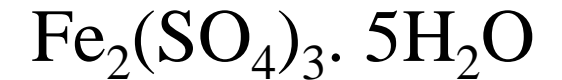
هناك الكثير من الفصائل غير ماصة للاشعاع في المنطقة المرئية وفوق البنفسجية والتي يتعذر تقديرها طيفيا بشكل مباشر, لذلك يتم مفاعلتها مع كواشف ملائمة يكون ناتج التفاعل له قابلية امتصاص قوية في هذه المنطقة. مثال ذلك تقدير الحديدك طيفيا بتفاعله مع الثايوسيانات في المحيط الحامضي لتكوين عدة معقدات لونها احمر مختلفة في عدد الليكندات والشحنة اعتمادا على تركيز الثايوسيانات.



ويكون المعقد $\text{Fe}(\text{SCN})_6^{-3}$ الاكثر استقرارا ولهذا السبب نضيف زيادة من الثايوسيانات لضمان تكوين هذا المعقد.

المحاليل المطلوبة

1. محلول الحديدك Fe^{+3} بتركيز 100 ppm في حجم 100 مللتر يحضر من



1. محلول KSCN 30% محضر

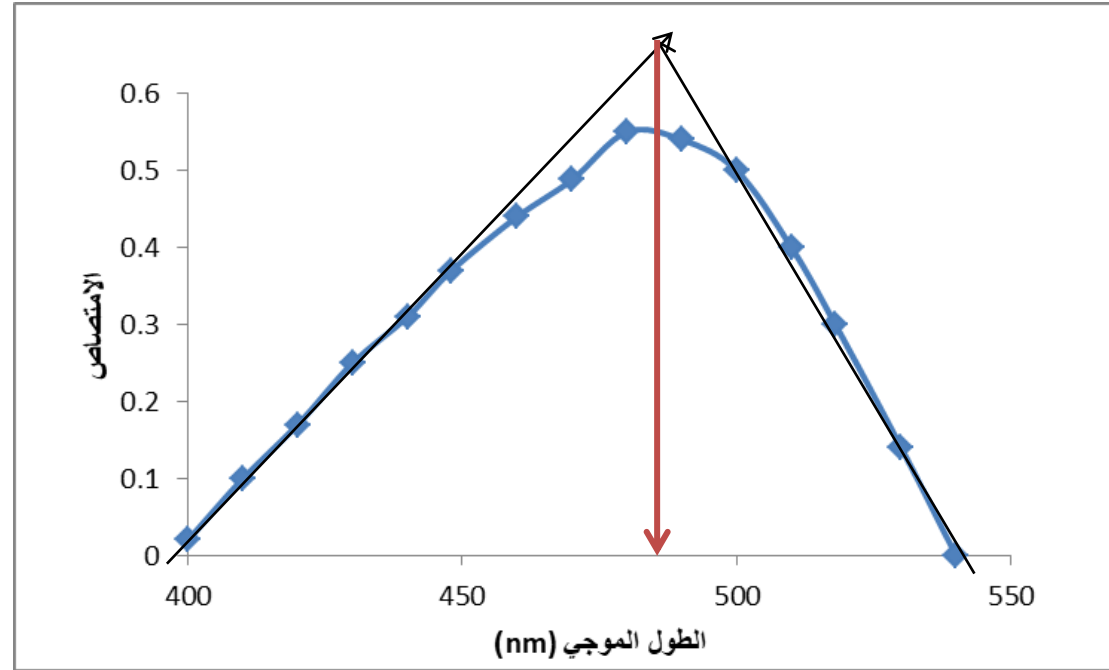
2. محلول حامض النتريك HNO_3 بتركيز 1N محضر

طريقة عمل

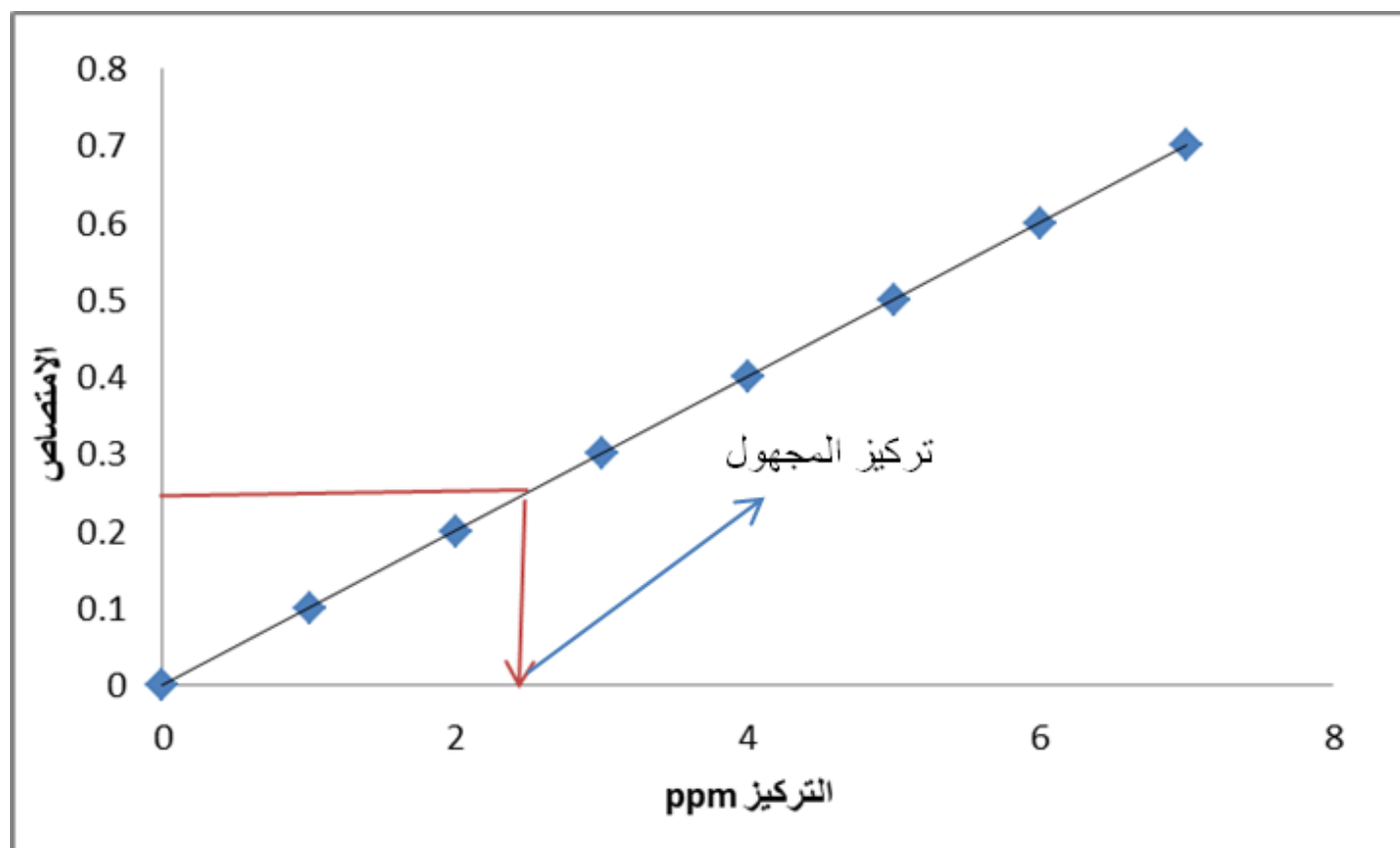
يحضر مجموعة من القناني الحجمية سعة 50 مللتر وتغسل جيدا بالماء العادي ثم بالماء المقطر ثم نتبع طريقة العمل حسب الجدول التالي:

No.	حجم محلول Fe ³⁺ المحضر (ml)	KSCN 30% (ml)	HNO ₃ (1N) (ml)	التركيز (ppm)	A
1	0	5 ml	5 ml	يكمل الحجم لكافة القناني سعة 50 مللتر الى حد العلامة بالماء المقطر	
2	0.3	5 ml	5 ml		
3	0.5	5 ml	5 ml		
4	0.7	5 ml	5 ml		
5	0.9	5 ml	5 ml		
6	1.0	5ml	5ml		
7	1.3	5ml	5ml		
المجهول		5 ml	5 ml		

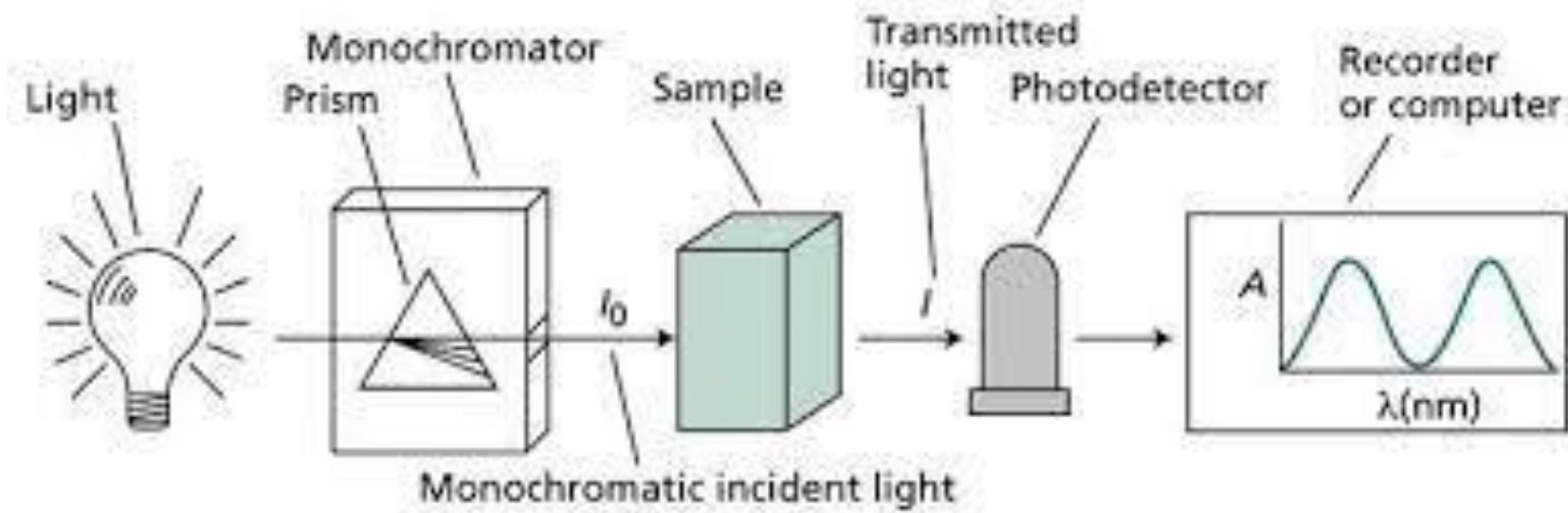
ايجاد λ_{\max} وذلك بقياس احد المحاليل عند اطوال موجية مختلفة تبدأ من 400 الى 530 نانوميتر ومن ثم الرسم بين الامتصاص والطول الموجي كما في الشكل ادناه واختيار الطول الموجي المناسب لقياس بقية المحاليل.



يُثبت الطول الموجي عند λ_{\max} وتقاس جميع المحاليل مقابل المحلول الصوري (البلانك) وترسم العلاقة بين الامتصاص والتركيز بوحدة ppm لإيجاد تركيز المجهول ويكون الميل (slop) بهذه الحالة يمثل ثابت الامتصاص a

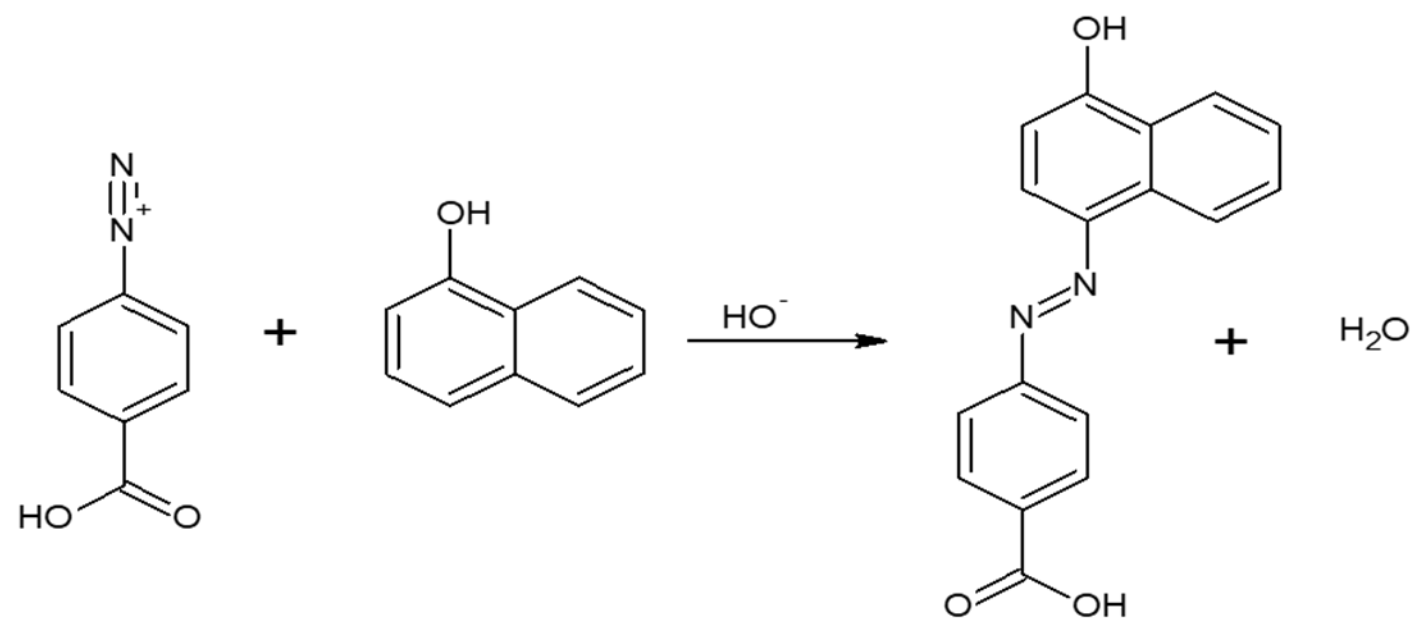
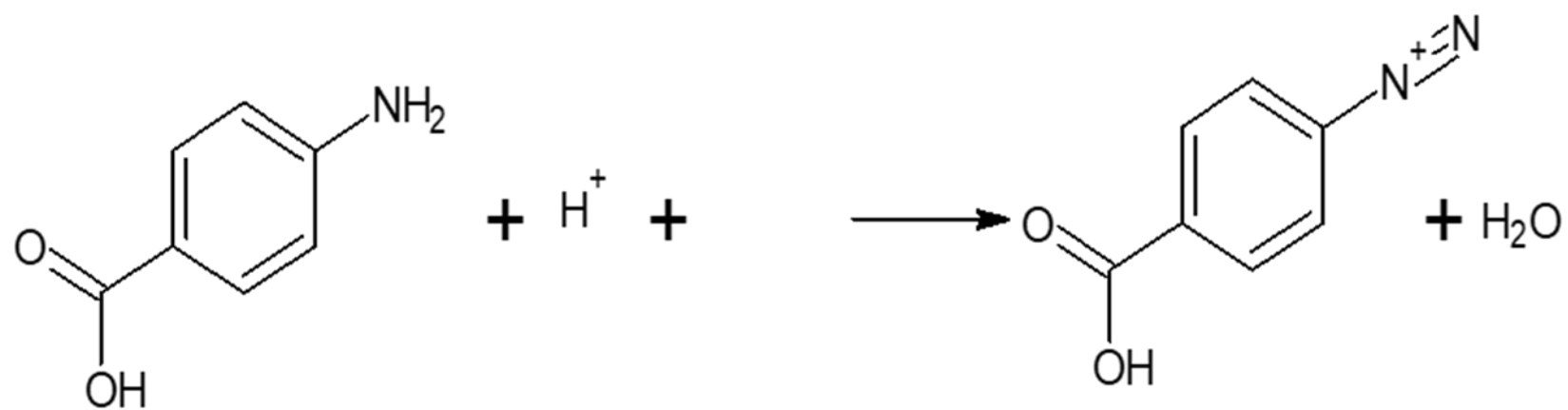


التقدير الطيفي لايونات النتريت



نظرية التجربة

- تتفاعل الامينات الاروماتية Ar-NH_2 مع حامض النتروز (HNO_2) في درجة حرارة 0-5 م° لتعطي املاح الدايزونيوم والتي تمتاز بالفعالية العالية اذ ترتبط مباشرة مع مركب عضوي اخر يحتوي على كثافة الكترونية عالية مثل الفينولات او الامينات الاروماتية الاولى في الوسط القاعدي لتكوين صبغة ملونة. يسمى هذا التفاعل بتفاعل الازوتة والاقتران .
- بشكل عملي تعد عملية الازوتة من التفاعلات الكمية لذلك يمكن تقدير النتريت طيفيا بالاعتماد على هذه التفاعلات, اذ يتم مفاعلة النتريت مع الامينات الاروماتية الاولى في الوسط الحامضي لتكوين ملح الدايزونيوم المقابل والذي يرتبط بدوره مع كاشف فينولي لتكوين صبغة الازو الملونة والتي يمكن ان تقاس طيفيا.



المحاليل المطلوبة

1. محلول النتريت NO_2^- بتركيز 1000 ppm في حجم 100 مللتر يحضر من NaNO_2 ومنه يحضر محلول محلول محلول بتركيز 50 ppm
2. محلول p-aminobenzoic acid محضر
3. محلول هيدروكسيد الصوديوم NaOH بتركيز 0.5M
4. محلول α -naphthol محضر
5. طريقة العمل حسب الجدول التالي مع مراعات ان تكون الاضافة حسب الترتيب بالجدول

طريقة عمل

يحضر مجموعة من القناني الحجمية سعة 50 ملتر وتغسل جيدا بالماء العادي ثم بالماء المقطر ثم نتبع طريقة العمل حسب الجدول التالي:

No.	حجم محلول NaNO ₂ المحضر (ml)	محلول PABA	محلول α - naphthol	محلول NaOH	يكمل الحجم لكافة القناني سعة 50 ملتر الى حد العلامة بالماء المقطر	التركيز (ppm)	A
1	0	1 ml	1 ml	5 ml			
2	0.2	1 ml	1 ml	5 ml			
3	0.4	1 ml	1 ml	5 ml			
4	0.6	1 ml	1 ml	5 ml			
5	0.8	1 ml	1 ml	5 ml			
6	1.0	1ml	1ml	5ml			
7	1.2	1ml	1ml	5ml			

• النتائج والمناقشة

1. ايجاد κ_{\max} بقياس المحلول رقم 4 عند الاطوال الموجية من 450 الى 550 ورسم العلاقة بين الطول الموجي والامتصاصية .
2. ايجاد تركيز المجهول بقياس امتصاص جميع المحاليل ورسم العلاقة بين الامتصاص والتركيز ورسم المنحنى القياسي.

النيفلوميترى

تقدير ايونات الكبريتات



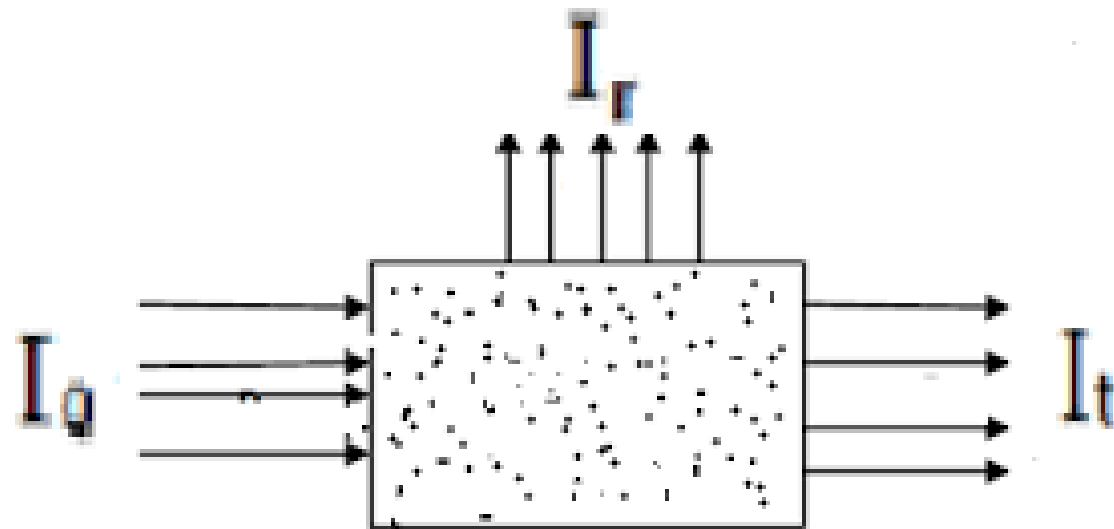
نظرية التجربة

التشتت والاستطارة: هو تبعثر الأشعة في جميع الزوايا وتشتتها بسبب مرور هذه الأشعة خلاا وسط يحتوي على جسيمات عالقة

يعتمد تقدير ايون الكبريتات على قياس شدة الشعاع المستطار للمحلول المعكر المتكون من كبريتات الباريوم الناتج من التفاعل التالي:



عند سقوط ضوء اشعاع ساقط 10 خلال محلول معكروحتوي على دقائق عالقة يعمل على استطارة الضوء فان قسما من الضوء المار او الاشعاع الساقط سوف يستطار بزاوية معينة من سطح جسيمات العالق وبشدة مقدارها I_r في حين ان قسم من الاشعاع الضوئي ينفذ من الجهة الأخرى شدته I_t وكما في الشكل ادناه:



المواد الكيميائية المستعملة :

1- محلول SO_4^{2-} بتركيز 1000 ppm وحجم 100 مللتر يحضر من K_2SO_4

2- محلول الملح الحامضي يحضر كالتالي

12 gm KCl + 40 ml D.W (ماء مقطر) + 1ml conc. HCl

ثم يكمل الحجم الى حد العلامة في قنينة حجمية سعة 50 مللتر بالماء المقطر

3- محلول الايثانول كليسيروول (محضر)

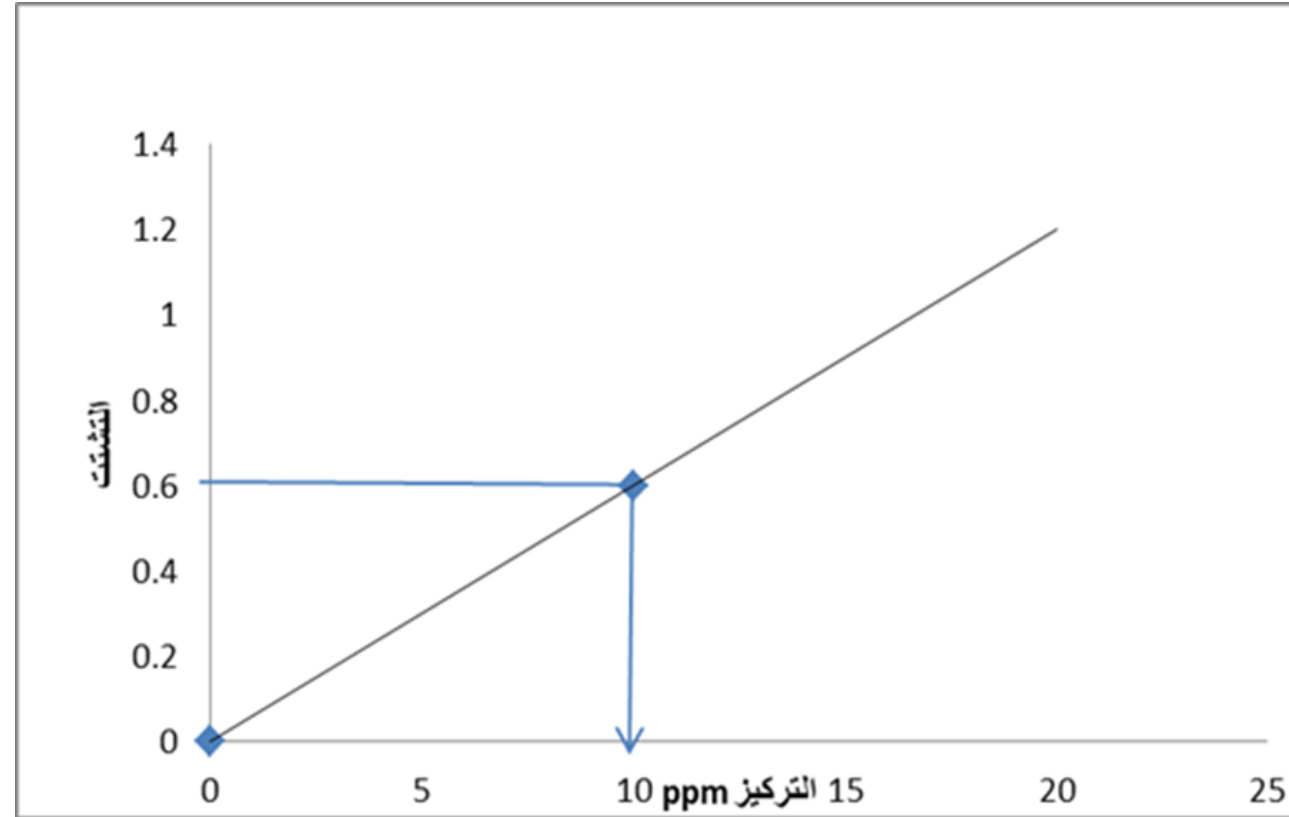
4- BaCl_2 مادة او مسحوق صلب

طريقة العمل:

- تحضر مجموعة من القناني الحجمية سعة 50 مللتر بغسلها بشكل جيد ثم تضاف المحاليل كما مذكور في الجدول ادناه

No.	حجم محلول SO_4^{2-} المحضر (ml)	محلول الملح الحامضي (ml)	محلول ايتانول – كليسرول (ml)	BaCl_2 (gm)	يكمل الحجم لكافة القناني الى حد العلامة بالماء المقطر	Conc. التركيز	التشنت I	I-I _o
1 (I _o)		5	5	0.2				
2		5	5	0.2				
3		5	5	0.2				
4		5	5	0.2				
5		5	5	0.2				
6		5	5	0.2				
المجهول		5	5	0.2				

تقاس جميع المحاليل ثم نطرح كل قيمة من محلول رقم واحد (البلانك) او المحلول الصوري ثم
ترسم العلاقة بين التركيز والتشتت لكل محلول لايجاد تركيز الجهول كما موضح ادناه



مطياف اللهب- تقدير الصوديوم والبوتاسيوم



نظرية التجربة

- تعتبر هذه التقنية شائعة الاستعمال في التحليلات المرضية حيث يدخل المحلول او النموذج الى اللهب على هيئة رذاذ يتبخر المذيب تاركا ملحا لا مائيا يتكسر الملح الى ذرات مطلقة غازية في حالة غازية ذي طاقة واطئة مستقرة ويمتص جزء من هذه الذرات طاقة من اللهب فتصبح متهيجة وعند رجوعها الى الحالة المستقرة تبعث فوتونات ذات طول موجي يمكن تمييزها باستخدام مرشحات

المواد الكيميائية المستعملة :

1. محلول Na بتركيز 100 ppm يحضر من NaCl في حجم نهائي مقداره 100 مللتر

بإذابة الوزن المطلوب من الملح بالماء المقطر

2. محلول K بتركيز 100 ppm يحضر من KCl مللتر بإذابة الوزن المطلوب من الملح

بالماء المقطر بحجم 100 مللتر

طريقة العمل:

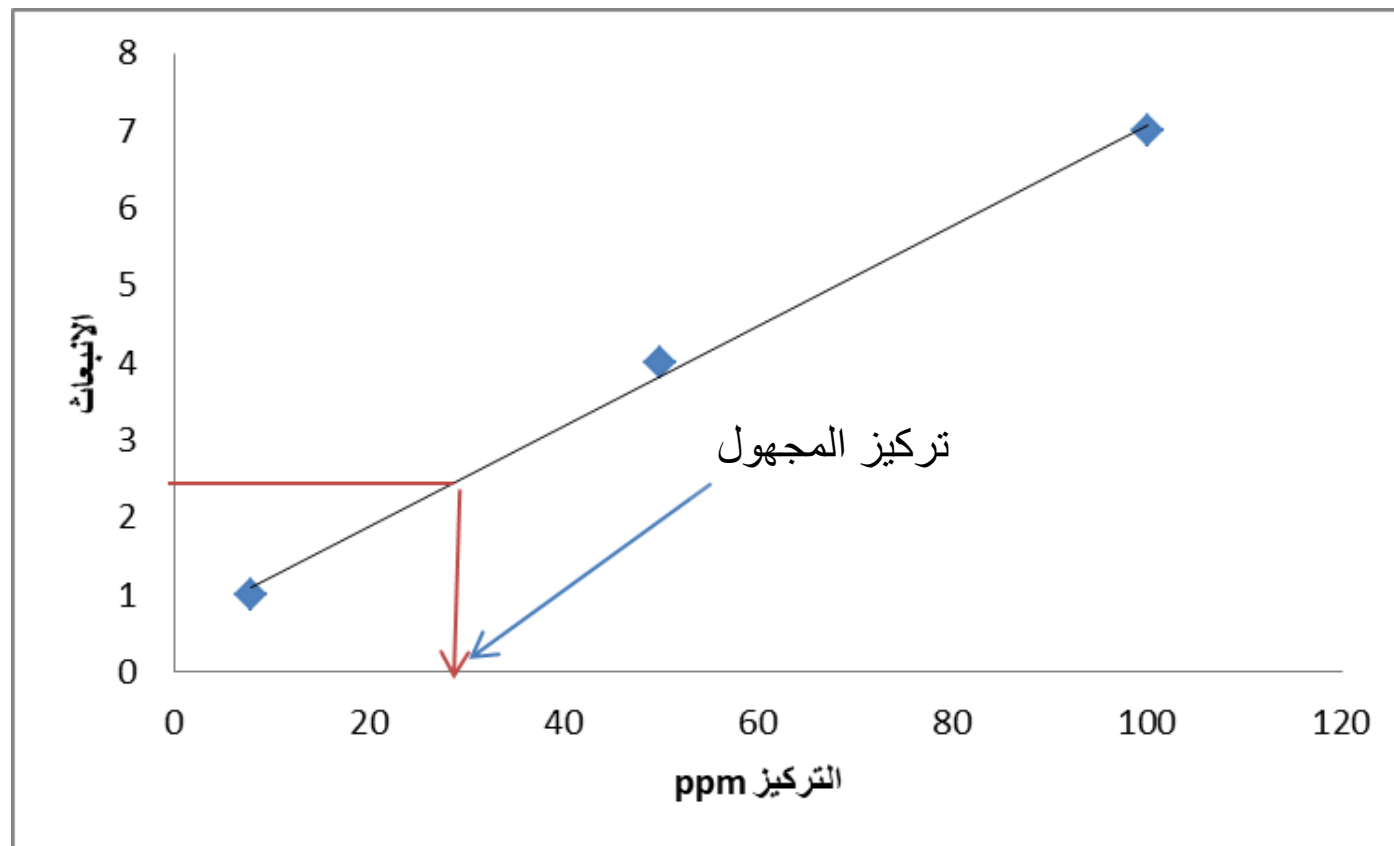
- يحضر مجموعة من القناني الحجمية سعة 100 مللتر بغسلها بشكل جيد ثم تضاف المحاليل كما مذكور في الجدول ادناه:

No.	حجم محلول Na المحضر (ml)		Conc. التركيز	الانبعاث
1	1	يكمل الحجم لكافة القناني الى حد العلامة بالماء المقطر		
2	1.5			
3	2.5			
4	3.5			
5	4			
6	6			
المجهول				

ولمحلول البوتاسيوم نطبق الخطوات المذكورة في الجدول ادناه:

No.	حجم محلول K المحضر (ml)		Conc. التركيز	الانبعاث
1	1.5	يكمّل الحجم لكافة القناني الى حد العلامة بالماء المقطر		
2	2.5			
3	4.5			
4	6.5			
5	8.5			
6	10			
المجهول				

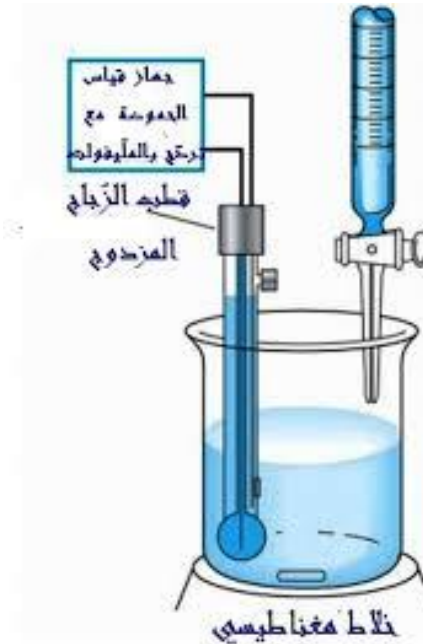
تقاس جميع المحاليل ثم ترسم العلاقة بين التركيز والانبعث لكل محلول لايجاد تركيز المجهول كما موضح ادناه



التسحيحات الجهدية

تقدير خليط مكون من حامض الفسفوريك وحامض

الهيدروكلوريك



المقدمة

- التحليل بقياس الجهد يعتمد على قياس فرق الجهد أو pH بين زوج من الاقطاب والالكترودات مغمورة في المحلول المراد تحليله اذ يتغير فرق الجهد مع تغير تركيز المادة قيد الدراسة فيعطي معلومات كمية عنها ويتم تعيين نقطة التكافؤ من منحنى التسحيح الجهدى

الاستخدامات التحليلية للقياسات الجهدية

1- القياس المباشر للأيونات

2- التسحيحات الجهدية : في هذا النوع يمكن معرفة نقطة التكافؤ من خلال التغير المفاجئ في

الجهد عند قياسه اثناء التسحيح وبعد كل اضافة وبذلك يمكن الاستغناء عن الدلائل يمكن

تطبيقها على جميع انواع التسحيحات

كما تستخدم التسحيحات الجهدية لتمييز نقطة تكافؤ مخاليط من المحاليل ولتعيين تراكيز الفصائل

المكونة لتلك المخاليط

تتضمن التجربة تسحيح مزيج من حامض الفسفوريك وحامض الهيدروكلوريك مع محلول

هيدروكسيد الصوديوم القياسي حيث يتم تعيين نقاط التكافؤ جهديا باستعمال pH meter هذا الجهاز

يعمل على قياس نسبة تركيز أيونات الهيدروجين في المحلول باستخدام قطب كالوميل كقطب مرجعي

و قطب الزجاج كقطب قياسي (القطب الذي يتغير جهده مع التركيز).

يتكون pH meter من قطبين

1. القطب الزجاجي ويحتوي على سلك من الفضة مغمور في محلول حامض الهيدروكلوريك بتركيز معين ومشبع بكلوريد الفضة ويمثل نصف التفاعل Ag/AgCl في نهاية هذا القطب غشاء زجاجي رقيق جدا وحساس لتركيز ايونات الهيدروجين

2. قطب مرجعي وهو قطب الكالوميل المشبع والمتكون من سلك من البلاتين مغمور في عجينة من كلوريد الزئبقوز وسائل الزئبق ومحلول KCl المشبع

- عند غمر القطبين في المحلول، يعملان كبطارية تحدث فرق جهد كهربائي خلالها، بحيث يعمل القطب الزجاجي على توليد شحنة كهربائية بينه وبين القطب المرجعي، ويعمل على قياسها القطب المسؤول عن قياس فرق الجهد الكهربائي.

المواد الكيميائية المستعملة

1. محلول كاربونات الصوديوم Na_2CO_3 بتركيز 0.1 N وحجم 100 مللتر

2. محلول HCl بتركيز 0.1 N وحجم 100 مللتر

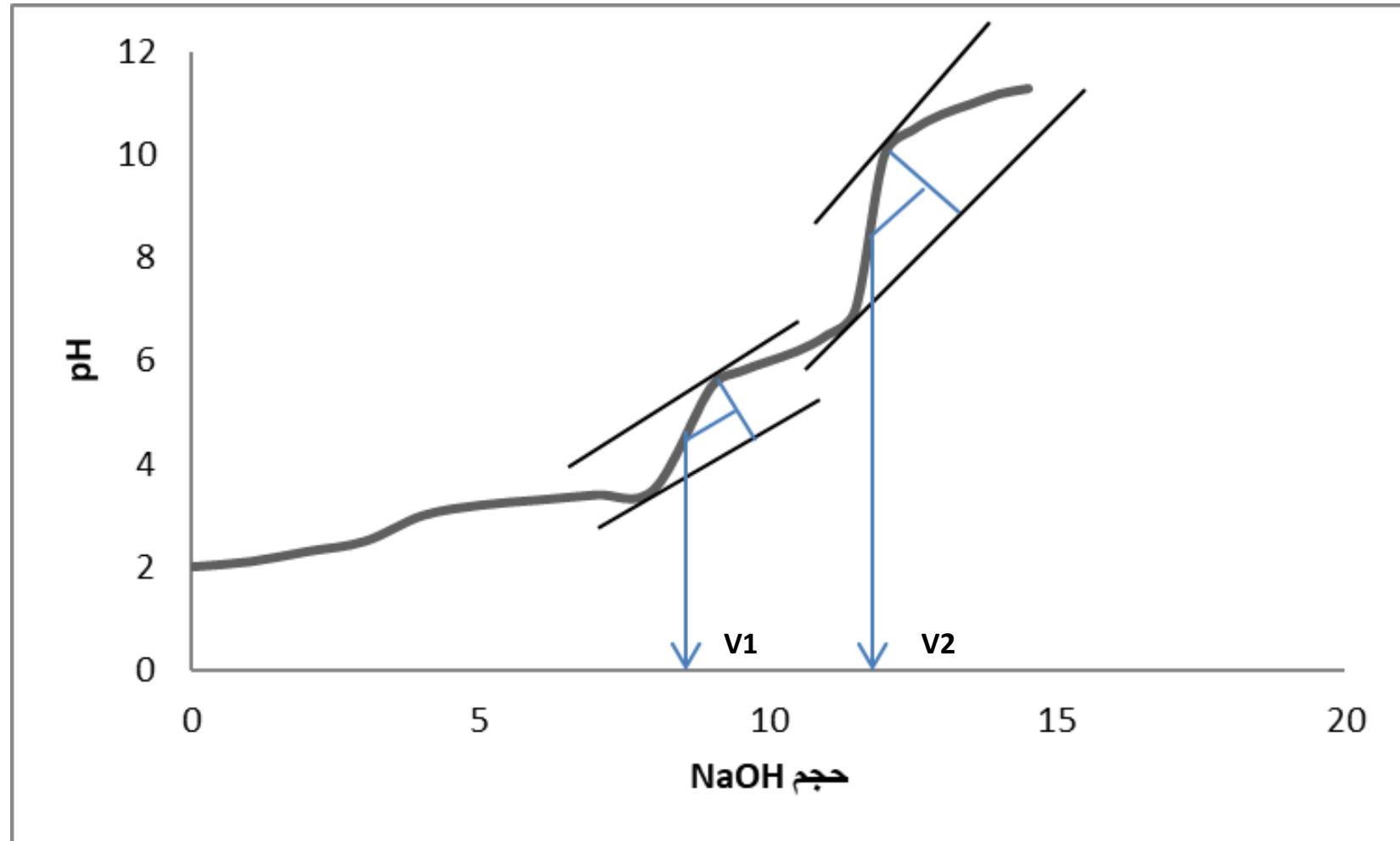
3. محلول NaOH بتركيز 0.1 N وحجم 100 مللتر

4. محلول المجهول يخفف الى 50 مللتر في قنينة حجمية.

طريقة العمل

1. ضبط عيارية حامض الهيدروكلوريك المحضر بتسحيحه مع كاربونات الصوديوم بوجود دليل المثيل البرتقالي
2. ضبط عيارية NaOH بتسحيحها مع HCl المصحح العيارية من الخطوة الاولى باستخدام دليل الفينولفثالين
3. ضبط جهاز pH meter باستخدام المحلول المنظم pH 4
4. املأ السحاحة بمحلول NaOH القياسي
5. يوضع 30 مللتر من محلول المجهول في بيكر سعة 100 مللتر ويوضع قطب الجهاز فيه مع المحرك المغناطيسي ويسحح جهديا مع NaOH بإضافة 1 مللتر من السحاحة في كل مرة وتسجيل القراءة من الجهاز نستمر الى 9 مللتر ثم يتم اضافة 0.5 مللتر من NaOH وتسجيل القراءة ونستمر بالإضافة والتسجيل القراءة الى ان تصل قراءة الجهاز 11 pH نتوقف عن الاضافة.

الرسم البياني للنتائج



الحسابات:

$$V1 = \text{all HCl} + \frac{1}{3} \text{H}_3\text{PO}_4$$

$$V2 = \text{all HCl} + \frac{2}{3} \text{H}_3\text{PO}_4$$

$$V2 - V1 = V3 \frac{1}{3} \text{H}_3\text{PO}_4$$

$$V3 \times 3 = \text{ml NaOH} = \text{all H}_3\text{PO}_4$$

$$V1 - V3 = \text{ml NaOH} = \text{all HCl}$$

$$N1V1 = N2V2$$